



DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIEE EN VERTU DU TRAITE DE COOPERATION EN MATIERE DE BREVETS (PCT)

(51) Classification internationale des brevets ⁶ : B01D 65/10, G01N 15/08		A1	(11) Numéro de publication internationale: WO 97/45193 (43) Date de publication internationale: 4 décembre 1997 (04.12.97)
<p>(21) Numéro de la demande internationale: PCT/FR97/00930</p> <p>(22) Date de dépôt international: 28 mai 1997 (28.05.97)</p> <p>(30) Données relatives à la priorité: 96/06780 28 mai 1996 (28.05.96) FR</p> <p>(71) Déposant (<i>pour tous les Etats désignés sauf US</i>): OTV OMNIUM DE TRAITEMENTS ET DE VALORISATION [FR/FR]; L'Aquarène, 1, place Montgolfier, F-94417 Saint-Maurice Cedex (FR).</p> <p>(72) Inventeur; et</p> <p>(75) Inventeur/Déposant (<i>US seulement</i>): CÔTÉ, Pierre [FR/FR]; 48, rue du Général Leclerc, F-78570 Andresy (FR).</p> <p>(74) Mandataire: VIDON, Patrice; Cabinet Patrice Vidon, Immeuble Germanium, 80, avenue des Buttes de Coësmes, F-35700 Rennes (FR).</p>		<p>(81) Etats désignés: AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, CA, CH, CN, CU, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, GB, GE, GH, HU, IL, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MD, MG, MK, MN, MW, MX, NO, NZ, PL, PT, RO, RU, SD, SE, SG, SI, SK, TJ, TM, TR, TT, UA, UG, US, UZ, VN, YU, brevet ARIPO (GH, KE, LS, MW, SD, SZ, UG), brevet eurasien (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), brevet européen (AT, BE, CH, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE), brevet OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, ML, MR, NE, SN, TD, TG).</p> <p>Publiée <i>Avec rapport de recherche internationale.</i></p>	
<p>(54) Title: METHOD AND INSTALLATION FOR IN SITU TESTING OF FILTERING MEMBRANE INTEGRITY</p> <p>(54) Titre: PROCEDE ET INSTALLATION POUR TESTER IN SITU L'INTEGRITE DES MEMBRANES DE FILTRATION</p> <p>(57) Abstract</p> <p>The invention discloses a method for testing the integrity of at least one liquid filtering membrane consisting in filling the upstream air compartment (3) by placing it at atmospheric pressure and applying a partial vacuum in the said permeate compartment (4) so as to create a pressure differential between the said upstream compartment and the said permeate compartment; measuring, at the outlet of the said permeate compartment, the liquid flow rate corresponding to the air passing through the escape apertures under the effect of the pressure differential as well as the pressure prevailing in the said permeate compartment; after stabilising the measured pressure at a predetermined P_{test} pressure, measuring the corresponding Q_{test} constant liquid flow rate; assessing membrane integrity on the basis of the measured air flow rate Q_{test}. The invention also discloses an installation for implementing the method.</p>			

(57) Abrégé

L'invention concerne un procédé pour tester l'intégrité d'au moins une membrane de filtration d'un liquide consistant à remplir le compartiment amont d'air en le plaçant à la pression atmosphérique et appliquer un vide partiel dans ledit compartiment perméat de façon à créer un différentiel de pression entre ledit compartiment amont et ledit compartiment perméat; mesurer, à la sortie dudit compartiment perméat, le débit de liquide correspondant à l'air passant par les orifices de fuite sous l'effet dudit différentiel de pression ainsi que la pression régnant dans ledit compartiment perméat; après stabilisation de la pression mesurée à une pression P_{test} prédéterminée, mesurer le débit de liquide Q_{test} constant correspondant; évaluer l'intégrité de la membrane en fonction du débit d'air Q_{test} mesuré. L'invention concerne également une installation pour la mise en œuvre du procédé selon l'invention.

UNIQUEMENT A TITRE D'INFORMATION

Codes utilisés pour identifier les Etats parties au PCT, sur les pages de couverture des brochures publient des demandes internationales en vertu du PCT.

AI	Albanie	ES	Espagne	LS	Lesotho	SI	Slovénie
AM	Arménie	FI	Finlande	LT	Lituanie	SK	Slovaquie
AT	Autriche	FR	France	LU	Luxembourg	SN	Sénégal
AU	Australie	GA	Gabon	LV	Lettonie	SZ	Swaziland
AZ	Azerbaïdjan	GB	Royaume-Uni	MC	Monaco	TD	Tchad
BA	Bosnie-Herzégovine	GE	Géorgie	MD	République de Moldova	TG	Togo
BB	Barbade	GH	Ghana	MG	Madagascar	TJ	Tadjikistan
BE	Belgique	GN	Guinée	MK	Ex-République yougoslave de Macédoine	TM	Turkménistan
BF	Burkina Faso	GR	Grèce	ML	Mali	TR	Turquie
BG	Bulgarie	HU	Hongrie	MN	Mongolie	TT	Trinité-et-Tobago
BJ	Bénin	IE	Irlande	MR	Mauritanie	UA	Ukraine
BR	Brésil	IL	Israël	MW	Malawi	UG	Ouganda
BY	Bélarus	IS	Islande	MX	Mexique	US	Etats-Unis d'Amérique
CA	Canada	IT	Italie	NE	Niger	UZ	Ouzbékistan
CF	République centrafricaine	JP	Japon	NL	Pays-Bas	VN	Viet Nam
CG	Congo	KE	Kenya	NO	Norvège	YU	Yougoslavie
CH	Suisse	KG	Kirghizistan	NZ	Nouvelle-Zélande	ZW	Zimbabwe
CI	Côte d'Ivoire	KP	République populaire démocratique de Corée	PL	Pologne		
CM	Cameroun	KR	République de Corée	PT	Portugal		
CN	Chine	KZ	Kazakhstan	RO	Roumanie		
CU	Cuba	LC	Sainte-Lucie	RU	Fédération de Russie		
CZ	République tchèque	LI	Liechtenstein	SD	Soudan		
DE	Allemagne	LK	Sri Lanka	SE	Suède		
DK	Danemark	LR	Libéria	SG	Singapour		

Procédé et installation pour tester in situ l'intégrité des membranes de filtration.

L'invention concerne le domaine des procédés et des installations de filtration utilisés pour l'épuration de liquides, notamment des eaux, du type incluant au moins une membrane de filtration.

Le procédé et l'installation selon l'invention trouvent leur application préférentielle dans le domaine de l'épuration des eaux en vue de leur potabilisation. Toutefois, l'homme du métier pourra envisager d'en utiliser les principes pour d'autres types de traitements ou encore pour le traitement d'autres liquides que l'eau.

Les traitements des eaux en vue de leur potabilisation ont, compte tenu des normes actuellement en vigueur, les objectifs principaux suivants :

- éliminer les matières en suspension,
- éliminer les matières organiques,
- éliminer les ions gênants,
- stériliser.

Les chaînes de traitement classiques mettant en oeuvre de tels traitements font intervenir une succession d'étapes physico-chimiques du type coagulation-flocculation-décantation-filtration généralement complétée par une étape d'oxydation.

Le rôle de l'étape de filtration auquel se rapporte plus précisément l'invention est de désinfecter les eaux traitées en retenant les micro-organismes (virus, bactéries et protozoaires) contenus dans celles-ci et notamment les micro-organismes pathogènes.

Une telle étape de filtration sur membranes est avantageusement effectuée grâce à des membranes organiques présentant des pores de diamètres plus ou moins élevés selon la taille des particules à retenir et pouvant par ailleurs présenter différentes configurations (fibres creuses, modules spiralés, etc...).

L'ultrafiltration et la microfiltration sur membranes organiques sont ainsi considérées comme d'excellentes méthodes de traitement et de potabilisation des eaux.

L'un des problèmes principaux posé par les installations de filtration à membranes réside dans les fuites qui peuvent apparaître dans celles-ci et provoquer une diminution notable de leur efficacité.

En pratique, il existe plusieurs sources potentielles de fuites dans de telles installations à membranes, au rang desquelles ont peut notamment citer : les imperfections des membranes, les joints mécaniques, les joints et tampons de colle et les bris de membranes. En ce qui concerne ce dernier point, ce problème est accru avec les membranes constituées de fibres creuses qui sont relativement fragiles.

Pour contrer ce problème il est donc essentiel, notamment dans le contexte de la potabilisation de l'eau, de disposer de procédés permettant de s'assurer de l'intégrité des systèmes membranaires et de vérifier que ceux-ci sont exempts de fuites. De tels procédés sont destinés à localiser rapidement les fuites de façon à pouvoir réparer ou remplacer les éléments défaillants responsables de la fuite localisée. De tels procédés doivent impérativement pouvoir être mis en oeuvre *in situ* c'est-à-dire directement sur l'installation de filtration sans avoir à démonter les membranes de filtration.

Il a été proposé dans l'état de la technique plusieurs procédés permettant d'atteindre cet objectif.

Certains procédés proposent simplement de compter les particules dans le liquide filtré (perméat) afin de déterminer si l'opération de filtration est correctement effectuée par l'installation testée. En pratique, si le nombre de particules retrouvées dans le perméat est trop élevé, il peut être conclu qu'une fuite existe au niveau de l'installation. Quoiqu'efficaces, de tels procédés présentent plusieurs inconvénients. En premier lieu, ils nécessitent la mise en oeuvre d'un matériel relativement sophistiqué et coûteux nécessaire au comptage des particules. En second lieu et surtout, ils présentent l'inconvénient de ne pouvoir être facilement mise en oeuvre sur des eaux initialement peu chargées en particules à filtrer.

La demande de brevet japonais JP-A-H7024273 propose d'utiliser un gaz chargé en particules de taille constante et selon une concentration constante, de filtrer le gaz en question avec la membrane à tester et de détecter les particules du côté perméat. Une telle technique a l'inconvénient d'impliquer l'utilisation d'un fluide particulier, à savoir un gaz chargé en particules, dont la composition doit être constante, ce qui accroît la complexité du test d'intégrité et son coût.

La demande de brevet japonais JP-A-H7060073 propose quant à elle une

technique consistant à installer un microfiltre à la sortie de l'installation principale de filtration et à mesurer de temps en temps la pression au niveau de ce microfiltre. Toute augmentation de pression au niveau du microfiltre indique la présence d'une fuite. Une telle technique présente le principal inconvénient de nécessiter l'utilisation d'un dispositif supplémentaire de filtration relativement difficile à mettre en oeuvre et impliquant une augmentation sensible du coût global de l'installation.

Une autre méthode consiste à utiliser un hydrophone pour détecter les bruits résultant de la casse des fibres creuses. Toutefois, ce type de test ne permet pas de détecter les fuites sur les autres types de membranes que celles à fibres creuses où l'air est utilisé pour le rétrolavage.

Il a également été proposé dans l'état de la technique, notamment dans la demande de brevet américain US-A-5353630, d'évaluer l'intégrité de membranes de filtration en mettant en oeuvre le principe du point de bulle. Cette mesure consiste à mouiller la membrane à tester et à la soumettre à une pression d'air croissant graduellement jusqu'à ce que l'air chasse le liquide par les orifices de fuite de ladite membrane. En utilisant des pressions de test comprises entre 0,5 bar et 1 bar environ, on peut ainsi détecter la présence d'orifices présentant une taille de l'ordre du micron correspondant à des imperfections dans la couche filtrante, à des joints qui fuient, à des fibres creuses cassées etc... De tels orifices de fuite présentent des tailles bien supérieures aux seuils de coupure des membranes testées qui sont de l'ordre de 0,1 μm pour les membranes de microfiltration, de l'ordre de 0,001 μm pour les membranes d'ultrafiltration et encore plus faibles en osmose inverse.

L'équation de Young et Laplace permet d'estimer la tailles de ces orifices laissant passer l'air et ainsi de déterminer si la membrane présente ou non des fuites. En effet, selon cette équation :

$$d = 4 \gamma Kt \cos\theta / \Delta P$$

dans laquelle, d est le diamètre de l'orifice, γ est la tension superficielle à l'interface air-liquide, Kt est un facteur de correction tenant compte de la tortuosité des pores et dont la valeur est typiquement de 0,2 à 0,3 pour les membranes fabriquées par inversion de phase, ΔP est le point de bulle, γ est la tension superficielle à l'interface air-

liquide. On notera que lorsqu'une bulle d'air pénètre un orifice, le diamètre de cette bulle atteint celui de l'orifice, donc $\theta = 0$ et $\cos \theta = 1$.

Le brevet US-A-5353630 consiste à mettre le compartiment permeat délimité par les membranes sous pression d'air et à mesurer la diminution de pression ou le débit d'eau déplacé dans le compartiment filtrat en fonction du temps.

Une telle technique présente de nombreux inconvénients. En premier lieu, elle nécessite une mise sous pression du compartiment perméat, ce qui induit la nécessité d'équiper l'installation de moyens permettant de fournir de l'air sous pression. Or, de tels moyens ne sont présents que sur seulement certains types d'installation de filtration, notamment celles mettant en oeuvre un rétrolavage des membranes à l'air.

En second lieu, cette méthode est mise en oeuvre selon le sens inverse au sens de filtration c'est-à-dire que l'air utilisé pour le test d'intégrité traverse la membrane du compartiment perméat vers le compartiment filtrat alors, qu'enversement, le liquide à filtrer traverse la membrane du compartiment filtrat vers le compartiment perméat. Une telle technique ne peut donc avantageusement être mise en oeuvre qu'avec les membranes présentant une structure isotrope (symétrique). En effet, dans le cadre d'installations de filtration à membranes asymétriques ou encore de membranes composites présentant une mince couche filtrante, l'utilisation d'air sous pression risquerait de dilater la membrane et de donner des résultats erronés, voir même d'abîmer la membrane.

L'objectif de la présente invention est de proposer un procédé d'évaluation de l'intégrité de membranes de filtration ne présentant pas les inconvénients de l'état de la technique.

Notamment, un objectif de l'invention est de présenter un tel procédé mettant en oeuvre le principe de la mesure du point de bulle mais n'impliquant pas l'utilisation d'air sous pression.

Un autre objectif de l'invention est de décrire un tel procédé pouvant être mis en oeuvre pour n'importe quel type de membranes, qu'elles soient d'ultrafiltration, de microfiltration, de nanofiltration ou d'osmose inverse, symétrique ou asymétrique, composite ou non, pour n'importe quelle configuration de membranes (fibres creuses, modules spiralés, etc ...)

Encore un objectif de l'invention est de proposer un tel procédé pouvant être facilement mis en oeuvre pour un ensemble de modules membranaires ou pour un module donné.

Ces différents objectifs, ainsi que d'autres qui apparaîtront par la suite sont atteints grâce à l'invention qui concerne un procédé pour tester l'intégrité d'au moins une membrane de filtration d'un liquide, ladite membrane délimitant au sein d'un dispositif de filtration un compartiment amont accueillant ledit liquide à filtrer et un compartiment perméat recueillant ledit liquide filtré, ledit procédé étant caractérisé en ce qu'il comprend les étapes consistant à :

- remplir ledit compartiment amont d'air pour le mettre à la pression atmosphérique P_{atm} et appliquer un vide partiel dans ledit compartiment perméat de façon à créer un différentiel de pression entre ledit compartiment amont et ledit compartiment perméat ;

- mesurer le débit de liquide correspondant à l'air passant par les orifices de fuite sous l'effet dudit différentiel de pression ainsi que la pression régnant dans ledit compartiment perméat ;

- après stabilisation de la pression à une pression P_{test} prédéterminée, et avant que le compartiment perméat ne soit vidé de son liquide, mesurer le débit de liquide Q_{test} constant correspondant ;

- évaluer l'intégrité de la membrane en fonction du débit Q_{test} mesuré.

Le principe de l'invention consiste donc à suivre l'évolution de la pression régnant dans le compartiment perméat et à déterminer pour une pression stabilisée P_{test} quel est le débit de liquide Q_{test} correspondant à l'air transversant la membrane, ce débit étant représentatif de l'intégrité de la membrane.

Contrairement à la technique mise en oeuvre dans le brevet US-A-5353630, le procédé selon l'invention ne met pas en oeuvre d'air sous pression mais inversement un vide partiel. Ainsi, il peut être utilisé pour les installations de filtration membranaire n'incluant pas de moyens d'aménée d'air sous pression.

De plus, le procédé selon l'invention met en oeuvre le principe de la mesure du point de bulle en provoquant le passage d'air à travers la membrane encore mouillée dans le sens utilisé au cours de la filtration. Ceci présente l'avantage de ne pas fragiliser la

membrane testée et, particulièrement dans le cas de membranes asymétriques ou composites, de ne pas induire une dilatation préjudiciable de la membrane.

La pression P_{test} choisie pour le test sera déterminée par l'homme de l'art en fonction de la membrane testée et pourra être plus ou moins faible. En pratique, cette 5 pression sera préférentiellement comprise entre environ 0,2 bar et 0,9 bar (pression absolue). On notera par ailleurs que le débit de liquide Q_{test} à cette pression P_{test} sera mesuré avant que le compartiment ne soit complètement vidé de son liquide.

Le procédé selon l'invention permet de mesurer un débit Q_{test} qui correspond à l'air qui traverse la membrane et s'accumule dans la partie supérieure du compartiment 10 perméat et d'évaluer à partir de cette mesure l'intégrité de la membrane testée.

Toutefois, afin de permettre une évaluation plus précise de cette intégrité, le procédé selon l'invention propose préférentiellement de corriger le débit mesuré Q_{test} .

Une première correction proposée par l'invention permet de passer du débit Q_{test} mesuré à la pression P_{test} régnant dans le compartiment perméat, au débit réel dans les 15 orifices Q_{orif} à pression moyenne régnant dans la membrane ($P_{atm} + P_{test}/2$).

En utilisant la loi des gaz parfaits, on estime ce débit d'air dans les orifices à:

$$Q_{orif} = Q_{test} \cdot (P_{atm} + P_{test}/2)$$

Une deuxième correction consiste à passer des conditions du test à celles correspondant à la filtration, ce qui nécessite de passer de l'air au liquide (correction de 20 viscosité) et de la pression transmembranaire du test ($P_{atm} - P_{test}$) à la pression transmembranaire de filtration (ΔP_{filt}). On utilise pour ce faire l'équation de Hagen-Poiseuille qui décrit l'écoulement laminaire dans un cylindre:

$$Q \mu / \Delta P = \pi d^4 / 128 l$$

dans laquelle Q est le débit dans le cylindre, d , le diamètre de l'orifice cylindrique, ΔP la 25 perte de charge, μ la viscosité et l la longueur du cylindre.

Cette équation appliquée au test selon l'invention donne :

$$Q_{orif} \mu_{air} / (P_{atm} - P_{test}) = \pi d^4 / 128 l$$

Cette même équation appliquée à la filtration donne :

$$Q_{fuite} \mu_{liquide} / \Delta P_{filt} = \pi d^4 / 128 l$$

De ces deux équations, on tire :

$$Q_{\text{fuite}} = Q_{\text{orif}} \mu_{\text{air}} \Delta P_{\text{filt}} / \mu_{\text{liquide}} (P_{\text{atm}} - P_{\text{test}})$$

En remplaçant Q_{orif} par sa valeur ci-dessus lors de la première correction on obtient une expression pour Q_{fuite} exprimée en fonction de variables connues :

$$Q_{\text{fuite}} = Q_{\text{test}} (\mu_{\text{air}}^2 \Delta P_{\text{filt}} P_{\text{test}}) / (\mu_{\text{liquide}} (P_{\text{atm}}^2 - P_{\text{test}}^2))$$

En définissant $f_1 = \mu_{\text{liquide}} / \mu_{\text{air}}$ et $f_2 = (P_{\text{atm}}^2 - P_{\text{test}}^2) / 2 \Delta P_{\text{filt}} P_{\text{test}}$, on peut exprimer Q_{fuite} , par l'équation suivante :

$$Q_{\text{fuite}} = Q_{\text{test}} / f_1 f_2,$$

dans laquelle f_1 est un facteur de correction de viscosité du liquide filtré par rapport à l'air, et f_2 est un facteur de correction de pression. La valeur du débit de fuite corrigé Q_{fuite} est préférentiellement calculée dans le cadre du procédé selon l'invention.

On notera que le mode de correction du débit Q_{test} précisé ci-dessus n'est nullement limitatif et que l'homme de l'art pourra envisager de corriger Q_{test} selon un autre procédé sans sortir du cadre de l'invention.

Egalement préférentiellement, l'intégrité de la membrane testée est évaluée en calculant l'abattement logarithmique de ladite membrane à partir dudit débit de fuite Q_{fuite} et du débit filtré Q_{filt} sur ladite membrane, en appliquant l'équation :

$$\text{AL} = \log_{10} (Q_{\text{fuite}} / Q_{\text{filt}})$$

Ce mode de calcul part de l'hypothèse selon laquelle toutes les particules (e.g. micro-organismes) présentes dans le débit de fuite traversent la membrane alors que toutes les particules présentes dans le débit filtré sont arrêtées par la membrane.

Préférentiellement, le procédé selon l'invention comprend également une étape consistant à calculer le diamètre des orifices de fuite de la membrane en fonction de la pression transmembranaire en appliquant l'équation $d = 4 \gamma K_t / \Delta P$ avec γ ΔP et K_t tels que définis ci-dessus.

Par ailleurs, selon une variante intéressante de l'invention, ladite étape consistant à remplir d'air ledit compartiment amont de façon à placer ce compartiment à la pression atmosphérique est effectuée en vidangeant ledit compartiment. Une telle caractéristique préférentielle est particulièrement adaptée aux installations à membranes immergées dont la vidange permet d'exposer rapidement à l'air le côté filtrat des membranes. C'est la raison pour laquelle le procédé selon l'invention est avantageusement mis en oeuvre sur

ce type de membranes, notamment celles constituées de fibres creuses.

Lorsque le procédé sera mis en oeuvre sur une installation ne comportant pas de moyens de vidange, l'exposition à l'air de la membrane dans le compartiment perméat sera obtenue par aspiration du liquide libre présent dans ce compartiment grâce aux moyens permettant la création d'un vide partiel dans le compartiment perméat.

Selon une variante intéressante de l'invention, le procédé est mis en oeuvre parallèlement sur plusieurs membranes ou jeux de membranes et, lorsqu'un défaut d'intégrité est constaté à ce stade, chacune desdites membranes ou chacun desdits jeux de membranes est testé(e) ultérieurement successivement afin de déterminer le ou lesdites membrane(s) ou le ou lesdits jeu(x) de membranes présentant un défaut d'intégrité.

L'invention concerne également une installation pour la mise en oeuvre du procédé décrit ci-dessus, ladite installation comprenant au moins un dispositif de filtration incluant au moins un jeu de membranes de filtration délimitant au moins un compartiment amont accueillant un liquide à filtrer et au moins un compartiment perméat recueillant ledit liquide filtré, et étant caractérisée en ce qu'elle comprend des moyens pour placer ledit compartiment amont à la pression atmosphérique, des moyens pour créer un vide partiel dans ledit compartiment perméat, des moyens permettant de mesurer la pression dans ledit compartiment perméat et des moyens permettant de mesurer le débit de liquide correspondant à l'air traversant ladite membrane.

Préférentiellement, l'installation selon l'invention comprend des moyens pour calculer le débit de fuite et/ou l'abattement logarithmique de ladite membrane et/ou le diamètre des orifices de fuites. Comme indiqué ci-dessus, ces paramètres sont intéressants pour déterminer plus précisément l'état de la membrane.

Egalement préférentiellement, lesdits moyens pour créer un vide partiel dans le compartiment perméat comprennent au moins une pompe munie de moyens permettant de réguler son débit pour maintenir la pression constante, telle qu'avantageusement une pompe à déplacement positif.

Avantageusement, lesdites membranes sont des membranes immergées à fibres creuses. En effet, comme déjà indiqué, le procédé selon l'invention est particulièrement facile à mettre en oeuvre avec de telles membranes.

Préférentiellement, la capacité de ladite pompe est définie comme une fraction (préférentiellement 10^{-3} à 10^{-6}) du débit de filtration de la membrane ou des membranes testée(s).

Avantageusement, ledit dispositif de filtration présente des moyens de vidange du compartiment amont. Comme déjà précisé, dans le cadre d'installations à membranes immergées, de telles moyens de vidange permettent d'exposer facilement les membranes mouillées à l'air. Lorsque l'étape consistant à placer le compartiment amont à la pression atmosphérique ne pourra pas être obtenu en vidangeant ce compartiment, cette étape pourra être effectuer en aspirant le liquide libre dans le compartiment amont en mettant en oeuvre les moyens amont permettant de créer un vide partiel dans le compartiment perméat et en prévoyant une admission d'air ambiant dans le compartiment amont.

Selon une variante intéressante de l'invention, ledit dispositif de filtration comprend une pluralité de modules de membranes, lesdits moyens pour créer un vide partiel et lesdits moyens de calcul étant communs auxdits modules, et des moyens de sélection pour mettre en oeuvre les moyens précités soit sur l'ensemble desdits modules soit seulement sur un ou plusieurs d'entre eux. De cette manière, le procédé selon l'invention peut être mené globalement sur un ensemble de membranes ou de modules membranaires et, en cas de résultat négatif à ce stade, il est possible d'isoler un ou plusieurs de ces modules ou une ou plusieurs de ces membranes, afin de déterminer quels éléments sont touchés. Les moyens de sélection en question pourront par exemple être constituées d'un réseau de vannes manuelles ou d'électrovannes.

L'invention, ainsi que les différents avantages qu'elle présente seront plus facilement compris grâce à la description qui va suivre d'un mode non limitatif de réalisation de celle-ci en référence aux dessins, dans lesquels :

- la figure 1 est un schéma montrant le principe du procédé selon l'invention ;
- la figure 2 représente une installation de filtration d'eau à membranes immergées selon la présente invention ;
- la figure 3 représente la variation du débit et de la pression régnant dans le compartiment perméat au cours de la mise en oeuvre du procédé selon l'invention ;
- la figure 4 représente un autre mode de réalisation d'une installation selon l'invention.

En référence à la figure 1, le procédé selon l'invention est exposé en regard d'une installation de filtration incluant un dispositif membranaire de filtration 1 ne montrant, pour des raisons de clarté de la description, qu'une seule membrane 2 constituées par des fibres creuses disposées verticalement dans ledit dispositif, une seule fibre creuse étant représentée, toujours pour la clarté de la description. Cette fibre creuse délimite au sein du dispositif de filtration 1, d'une part un compartiment amont 3 situé à l'extérieur de la fibre et accueillant un liquide à filtrer, et d'autre part un compartiment perméat 4 constitué par la lumière de la fibre creuse. La membrane 2 est isolée par des joints de colle 10,11 prévus respectivement dans sa partie supérieure et dans sa partie inférieure. Le dispositif 1 comprend par ailleurs, d'une part des moyens d'alimentation du dispositif 1 en liquide à filtrer directement reliés au compartiment amont 3, lesdits moyens d'alimentation étant essentiellement constitués par une vanne 12 et une pompe 14, et d'autre part des moyens pour soutirer le liquide filtré (perméat) directement reliés au compartiment perméat 4, lesdits moyens étant constitués essentiellement par une vanne 13.

Conformément à la présente invention, l'installation comprend, des moyens 5 permettant de placer le compartiment amont à la pression atmosphérique, des moyens 9 permettant de vidanger ce compartiment, des moyens 6 permettant de créer un vide partiel dans le compartiment perméat 4, des moyens 7 (manomètre extérieur) permettant de mesurer la pression régnant dans ce compartiment par un capteur de pression placé à mi-hauteur de l'ensemble de membranes, des moyens 16 (débit-mètre) permettant de mesurer le débit d'eau correspondant à l'air traversant la membrane et des moyens 8 pour mesurer le niveau de vide partiel et pour calculer à partir des valeurs de débit relevées, le débit de fuite de la membrane et l'abattement logarithmique de celle-ci.

On notera que le débit-mètre 16 pourra être remplacé par une mesure de la vitesse de la rotation de la pompe.

La pression régnant dans le compartiment perméat peut être lue sur le manomètre extérieur 7. Celui-ci étant prévu à mi-hauteur de l'ensemble membranaire, il donne en effet directement la pression P_{test} . Il pourra bien sûr aussi être envisagé de placer ce manomètre en une autre position, et d'obtenir P_{test} par un simple calcul.

Dans le cadre du présent mode de réalisation, les moyens 9 sont constitués par

une simple vanne de vidange montée dans la partie inférieure du compartiment amont 3 les moyens 5 sont constituées par une vanne prévue dans sa partie supérieure. Les moyens pour créer un vide partiel dans le compartiment amont incluent avantageusement une pompe à déplacement positif 6 permettant d'obtenir une pression constante par variation de sa vitesse de rotation. Cette pompe est reliée au compartiment perméat 4 par une canalisation munie d'une vanne 15.

Lors de la mise en oeuvre du procédé selon l'invention, le mode filtration de celle-ci est arrêté. A cet effet, l'alimentation en liquide à filtrer est stoppée en fermant les vannes 12 et 13 et en arrêtant la pompe 14.

Ensuite, le compartiment amont 3 est vidangé et mis à la pression atmosphérique en ouvrant concomitamment les vannes 5 et 9. Une fois, ce compartiment vidé du liquide à filtrer et placé à la pression atmosphérique, la vanne 15 est ouverte et la pompe 6 est mise en oeuvre de façon à appliquer un vide partiel dans le compartiment perméat 4 et un passage d'air à travers les orifices de fuite pouvant exister dans la membrane sous l'effet du différentiel de pression existant entre ce compartiment perméat 4 et le compartiment amont 3. Comme il sera explicité ci-après plus en détail, la pression régnant dans ce compartiment diminue progressivement jusqu'à atteindre une valeur prédéterminée P_{test} . Parallèlement, le débit de liquide correspondant diminue également progressivement jusqu'à atteindre un débit de fuite Q_{test} . Les pressions et les débits sont mesurés en continu. Lorsqu'à la pression P_{test} , le débit de fuite Q_{test} sensiblement constant est mesuré, cette donnée est transmis aux moyens de calcul 8 permettant de calculer le débit de fuite corrigé en fonction de la pression et de la viscosité, et l'abattement de la membrane. A cet effet, les moyens de calcul incluent des moyens permettant d'entrer les paramètres et constantes nécessaires à ces calculs.

En référence à la figure 2, une autre installation de filtration d'eau à membranes immergées est représentée. Dans ce type d'installation l'alimentation n'est pas effectuée sous pression mais le perméat est soutiré grâce à une pompe 14 a. (Les éléments structurels communs aux figures 1 et 2 sont référencés à l'aide des mêmes références). Cette figure montre des membranes sous la forme d'un module de filtration 2a constituée d'une pluralité de membranes directement immergées dans le liquide à filtrer. En mode

filtration, le perméat est évacué à la fois par le haut et par le bas des modules. Dans le cadre du présent mode de réalisation, le module de filtration 2a est constitué de membranes immergées ZeeWeed (marque déposée par Zenon Environmental Inc., Burlington, Canada) présentant une surface de filtration de 13,9 m² et une hauteur de 5 1,80 m. Enfin, on notera que, par rapport à l'installation décrite en référence à la figure 1, les moyens de mesure du débit d'eau correspondant à l'air traversant la membrane sont remplacés par une mesure de la vitesse de la rotation de la pompe

L'intégrité des membranes de l'installation montrée à la figure 2 a été testée selon l'invention.

10 Au cours de ce test, les paramètres suivants ont été entrés par un opérateur dans les moyens de calcul 8 :

	Hauteur des membranes	1,80 m
	Pression atmosphérique P _{atm}	1,01 bar
	Pression absolue P _{test} atteinte pendant le test	
15	ramenée au centre de l'ensemble de membranes	0,61 bar
	Débit de fuite Q _{test} mesuré pendant le test	42 l/h
	Tension superficielle à l'interface eau-air γ	0,0723 N/m
	Facteur de correction K _t de la membrane	0,25
	Viscosité de l'air μ _{air}	0,0182 cP
20	Viscosité de l'eau μ _{eau}	1,0019cP
	Débit en filtration	700 l/h
	La pression transmembranaire moyenne	
	en filtration (ΔP)	0,4 bar

25 En référence à la figure 3, la courbe A montre l'évolution dans le temps de la pression régnant au cours du test dans le compartiment perméat et la courbe B montre l'évolution dans le temps du débit correspondant.

Tant la courbe A que la courbe B montrent essentiellement trois phases I, II et III telles qu'indiquées sur la figure 3.

30 La phase I, au début du test correspond à l'évacuation de l'eau libre à une pression proche de la pression statique. Cette phase est courte dans le cadre du présent

mode de réalisation puisqu'il ne reste que peu d'eau libre dans le compartiment amont, cette eau ayant été presque totalement évacuée par les moyens de vidange. Par contre, dans d'autres modes de réalisation, lorsque cette eau libre ne pourra pas être vidangée, l'eau libre sera évacuée en mettant en oeuvre la pompe prévue pour créer un vide partiel dans le compartiment perméat. La phase I sera alors beaucoup plus longue.

5 Durant la phase II, la pression négative créée par la pompe 6 contracte la membrane, ce qui a pour effet d'entraîner une chute rapide du débit.

Enfin, au cours de la phase III, la pression régnant à l'intérieur du compartiment perméat se stabilise à la valeur choisie pour le test et le débit mesuré Q_{test} correspond aux fuites par les orifices qui laissent passer l'air. Dans le cadre du présent mode de 10 réalisation, la pression P_{test} a été fixée 0,61 bar et le débit d'eau mesuré à a été de 42 l / h. Ces données ont été rentrées dans les moyens de calcul 8 comme indiqué ci-dessus.

15 Grâce aux paramètres entrées dans les moyens de calcul 8, ceux-ci ont établi le diamètre des orifices laissant passer l'air, le débit de fuite corrigé et l'abattement logarithmique de la membrane.

Calcul des diamètres des orifices de fuite

Ces diamètres ont été évalués grâce à l'équation :

$$d = 4 \gamma K_t / \Delta P$$

20 dans laquelle γ est la tension superficielle à l'interface air-liquide, ΔP est la pression transmembranaire, et K_t est un facteur de correction représentatif de la tortuosité des pores de ladite membranes.

25 La pression transmembranaire a été calculée pour le haut de la membrane et pour le bas de la membrane en tenant compte du fait que la hauteur de celle-ci est de 1,80m et que la pression transmembranaire moyenne est de à 0,4 bar. Ce calcul aboutit à une pression transmembranaire dans le haut de la membrane égale à 0,31 bar et à une pression transmembranaire dans le bas de la membrane égale à 0,49 bar correspondant respectivement à des orifices de fuite de 1,5 μm et 2,3 μm .

Calcul du débit de fuite corrigé Q_{fuite}

30 Ce débit corrigé a été établi à partir du débit mesuré Q_{test} qui a été relevé à 42 l / h. Les facteurs de correction f_1 et f_2 ont été établis grâce aux équations indiquées ci-

dessus et les résultats suivants ont été obtenus :

facteur de correction de la viscosité f_1 :

$$f_1 = \mu_{\text{eau}} / \mu_{\text{air}} = 1,0019 / 0,0182 = 55$$

facteur de correction de la pression f_2 :

$$f_2 = (P_{\text{atm}}^2 - P_{\text{test}}^2) / 2 \Delta P_{\text{filt}} \quad P_{\text{test}} = (1,01^2 - 0,61^2) / 2 \times 0,40 \times 0,61 = 1,33$$

L'équation $Q_{\text{fuite}} = Q_{\text{test}} / f_1 f_2$ a ensuite été utilisée par les moyens de calcul et la valeur $Q_{\text{fuite}} = 0,575 \text{ l/h}$ a été obtenue.

Calcul de l'abattement logarithmique AL de la membrane

L'équation $AL = \log_{10} (Q_{\text{fuite}} / Q_{\text{filt}})$ a été utilisée par les moyens de calcul et la valeur $AL = 3,1$ a été obtenue.

En référence à la figure 4, un autre mode de réalisation de l'installation selon l'invention est représenté, ladite installation comprenant trois modules de filtration identiques à celui de la figure 1. L'installation comprend par ailleurs une pompe 6, des moyens de mesure du débit d'eau 7 et des moyens de calcul 8 communs aux trois modules. Chaque module est équipé d'un capteur de la pression régnant dans son compartiment perméat et relié aux moyens de calcul 8.

Enfin, des moyens de sélection constitués par un réseau de vannes 15, 17, 18, 19, permettent de placer les moyens 6, 7, 8 en communication avec tous les modules ou seulement en communication avec un seul d'entre eux. Une telle disposition permet de mettre en oeuvre le procédé selon l'invention en premier lieu pour l'ensemble des modules et, si un défaut d'intégrité est relevé à ce stade, en second lieu pour seulement un seul de ces modules afin de déterminer quel(s) module(s) est (sont) effectivement touché(s).

Les modes de réalisation de l'invention présentés ici n'ont pas pour objet de réduire la portée de celle-ci. Il pourra donc y être apporté de nombreuses modifications sans sortir de son cadre tel que défini par les revendications. Ces modifications pourront notamment porter sur le type de membranes, sur leur configuration et bien sûr sur les pressions utilisées.

REVENDICATIONS

1. Procédé pour tester l'intégrité d'au moins une membrane de filtration d'un liquide, ladite membrane délimitant au sein d'un dispositif de filtration un compartiment amont accueillant ledit liquide à filtrer et un compartiment perméat recueillant ledit liquide filtré, ledit procédé étant caractérisé en ce qu'il comprend les étapes consistant à :
 - remplir ledit compartiment amont d'air pour le mettre à la pression atmosphérique P_{air} et appliquer un vide partiel dans ledit compartiment perméat de façon à créer un différentiel de pression entre ledit compartiment amont et ledit compartiment perméat ;
 - mesurer le débit de liquide correspondant à l'air passant par les orifices de fuite sous l'effet dudit différentiel de pression ainsi que la pression régnant dans ledit compartiment perméat ;
 - après stabilisation de la pression mesurée à une pression P_{test} prédéterminée, et avant que le compartiment perméat ne soit vidé de son eau, mesurer le débit de liquide Q_{test} constant correspondant ;
 - évaluer l'intégrité de la membrane en fonction du débit Q_{test} mesuré.
2. Procédé selon la revendication 1 caractérisé en ce que la pression P_{test} utilisée est comprise entre environ 0,2 bar et 0,9 bar (pression absolue).
3. Procédé selon la revendication 1 ou 2 caractérisé en ce qu'il comprend une étape supplémentaire consistant à corriger le débit mesuré Q_{test} en appliquant l'équation $Q_{\text{fuite}} = Q_{\text{test}} / f_1 f_2$, dans laquelle f_1 est un facteur de correction de viscosité du liquide filtré par rapport à l'air, et f_2 est un facteur de correction de pression.
4. Procédé selon la revendication 3 caractérisé en ce que ladite étape consistant à évaluer l'intégrité de la membrane est effectuée en calculant l'abattement logarithmique AL de ladite membrane à partir du débit de fuite Q_{fuite} et du débit filtré Q_{filt} sur ladite membrane, en appliquant l'équation $AL = \log_{10} (Q_{\text{fuite}} / Q_{\text{filt}})$.
5. Procédé selon l'une des revendications 1 à 4 caractérisé en ce qu'il comprend une étape consistant à calculer le diamètre des orifices de fuite en fonction de la pression transmembranaire en appliquant l'équation $d = 4\gamma K_t / \Delta P$ dans laquelle ΔP est la pression transmembranaire, et K_t est un facteur de correction représentatif de la tortuosité des

pores de ladite membranes.

6. Procédé selon l'une des revendications 1 à 5 caractérisé en ce que ladite membrane est une membrane immergée constituée de fibres creuses.

7. Procédé selon la revendication 6 caractérisé en ce que ladite étape consistant à remplir d'air ledit compartiment amont est effectuée en vidangeant ledit compartiment.

8. Procédé selon l'une des revendications 1 à 5 caractérisé en ce que ladite étape consistant à remplir d'air ledit compartiment amont est effectuée en aspirant le liquide libre présent dans le compartiment amont en mettant en oeuvre les moyens amont permettant de créer un vide partiel dans le compartiment perméat et en prévoyant une admission d'air ambiant dans le compartiment amont.

9. Procédé selon l'une des revendications 1 à 8 caractérisé en ce qu'il est mis en oeuvre parallèlement sur plusieurs membranes ou jeux de membranes et, lorsqu'un défaut d'intégrité est constaté à ce stade, en ce qu'il consiste à tester ultérieurement successivement chacune desdites membranes ou chacun desdits jeux de membranes afin de déterminer le ou lesdites membrane(s) ou le ou lesdits jeu(x) de membranes présentant un défaut d'intégrité.

10. Installation pour la mise en oeuvre du procédé selon l'une des revendications 1 à 9, ladite installation comprenant au moins un dispositif de filtration (1) incluant au moins une membrane de filtration (2) délimitant au moins un compartiment amont (3) accueillant un liquide à filtrer et au moins un compartiment perméat (4) recueillant ledit liquide filtré, ladite installation étant caractérisée en ce qu'elle comprend des moyens (5) pour placer ledit compartiment amont (3) à la pression atmosphérique, des moyens pour créer un vide partiel (6) dans ledit compartiment perméat (4), des moyens (7) pour mesurer la pression régnant dans ledit compartiment perméat, et des moyens (16) permettant de mesurer le débit correspondant à l'air traversant ladite membrane (2).

11. Installation selon la revendication 10 caractérisée en ce qu'elle comprend des moyens (8) pour calculer le débit de fuite et/ou l'abattement logarithmique et/ou le diamètre des orifices de fuites de ladite membrane.

12. Installation selon l'une des revendications 10 ou 11 caractérisée en ce lesdits moyens (6) pour créer un vide partiel dans le compartiment perméat comprennent au

moins une pompe munie de moyens permettant de réguler son débit pour maintenir la pression constante.

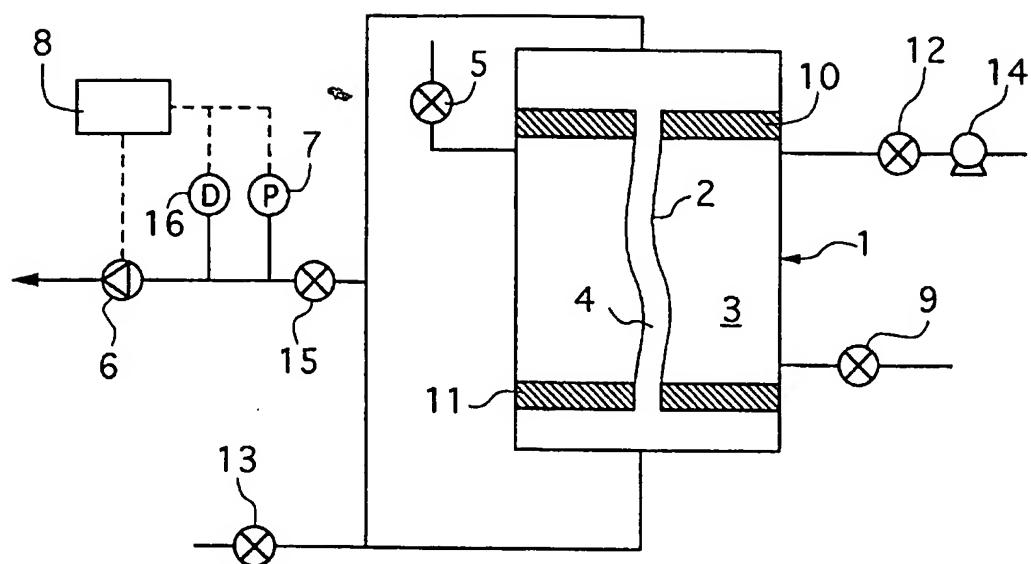
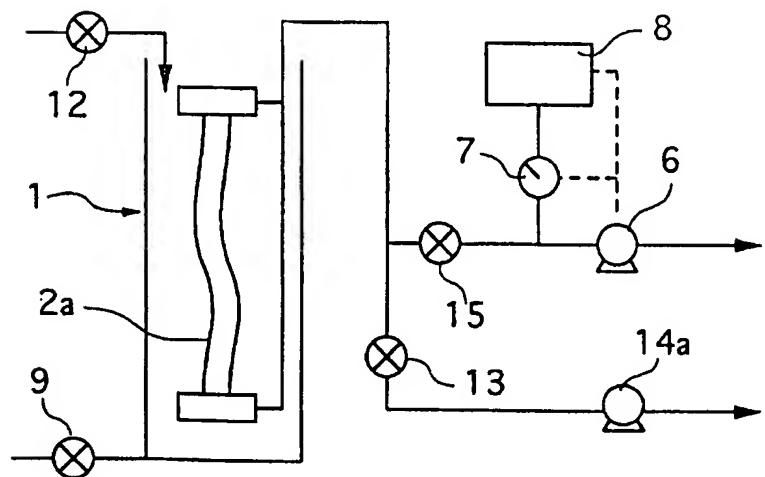
5 13. Installation selon la revendication 12 caractérisée en ce que la capacité de ladite pompe est définie comme une fraction du débit de filtration de la membrane ou des membranes testée(s).

10 14. Installation selon l'une des revendications 10 à 13 caractérisé en ce que lesdites membranes sont des membranes immergées à fibres creuses.

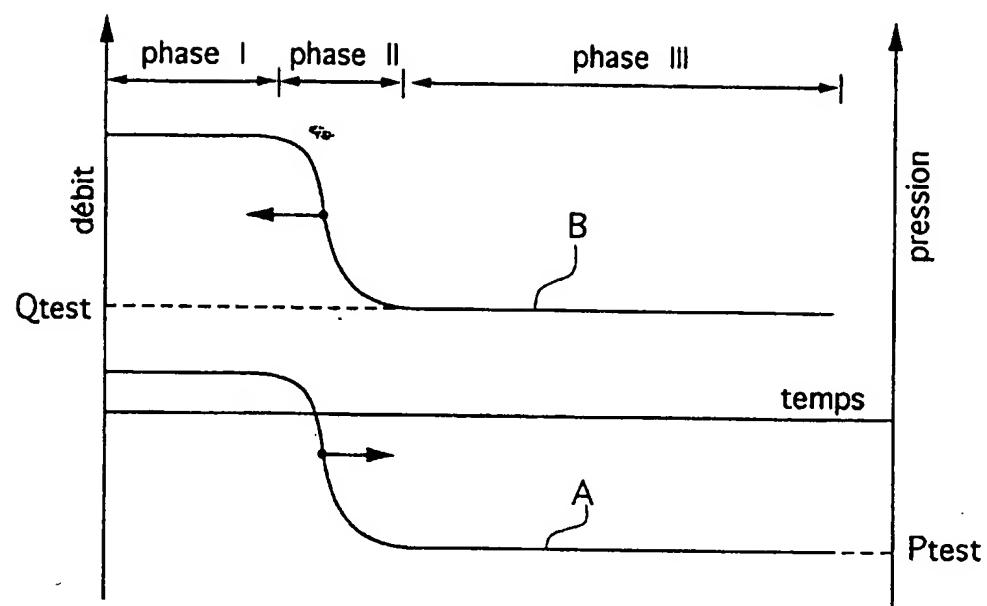
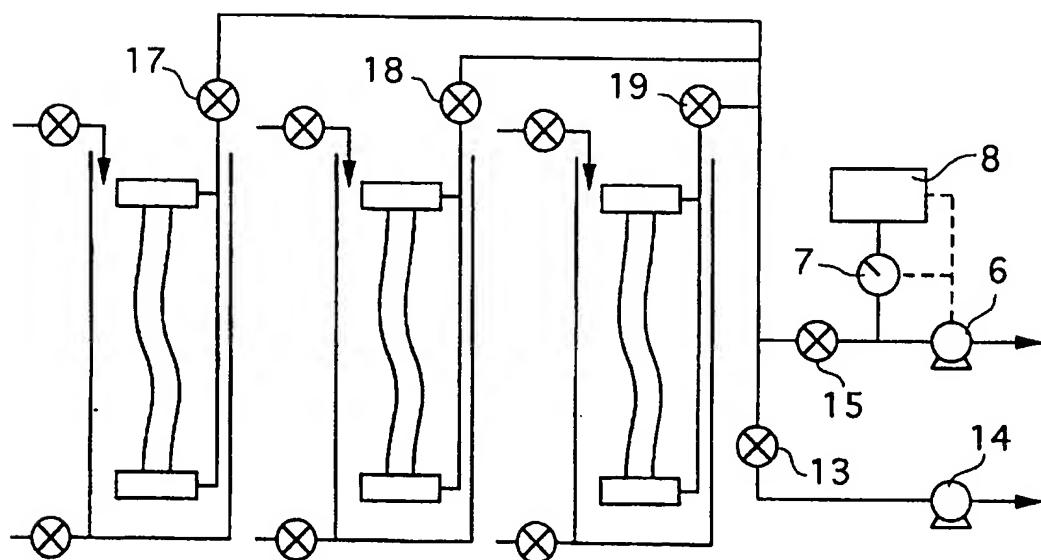
15 15. Installation selon la revendication 14 caractérisée en ce que ledit dispositif de filtration (1) présente des moyens de vidange (9) du compartiment amont.

10 16. Installation selon l'une des revendications 10 à 15 caractérisée en ce que ledit dispositif de filtration (1) comprend une pluralité de modules de membranes, lesdits moyens (6) pour créer un vide partiel, lesdits moyens de mesure (7) et lesdits moyens de calcul (8) étant communs auxdits modules, et des moyens de sélection pour mettre en oeuvre lesdits moyens (6,7,8) soit sur l'ensemble desdits modules soit seulement sur un ou plusieurs d'entre eux.

1/2

Fig. 1Fig. 2

2/2

Fig. 3Fig. 4

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No
PCT/FR 97/00930

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
IPC 6 B01D65/10 G01N15/08

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
IPC 6 B01D G01N

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	GB 2 132 366 A (BRUNSWICK CORPORATION) 4 July 1984 see claims; figures 1,3 ---	1-16
Y	DE 33 12 729 A (FRAUNHOFER-GESELLSCHAFT ZUR FÖRDERUNG DER ANGEWANDTEN FORSCHUNG E.V.) 11 October 1984 see claims 1,3 ---	1-16
A	EP 0 592 066 A (MEMTEC JAPAN LIMITED) 13 April 1994 see claims & US 5 353 630 A cited in the application ---	1,10
A	EP 0 517 501 A (ASAHI KASEI KOGYO KABUSHIKI KAISHA) 9 December 1992 ---	10 -/-

Further documents are listed in the continuation of box C.

Patent family members are listed in annex.

* Special categories of cited documents :

- "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- "E" earlier document but published on or after the international filing date
- "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.

"&" document member of the same patent family

1

Date of the actual completion of the international search

Date of mailing of the international search report

27 August 1997

15.09.97

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+ 31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax (+ 31-70) 340-3016

Authorized officer

Cordero Alvarez, M

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Intern	Application No
PCT/FR 97/00930	

C(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	EP 0 064 159 A (B.HUSCHKE) 10 November 1982 see claims; figures ---	1
A	EP 0 139 202 A (FUJISAWA PHARMACEUTICAL CO) 2 May 1985 see claims; figures ---	1,10
A	DE 44 21 639 A (MICRODYN MODULBAU GMBH) 4 January 1996 see claims; figure ---	1-9
A	DE 39 17 856 A (SARTORIUS GMBH) 7 December 1989 see claims -----	1,10

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

...information on patent family members

Inte...	nal Application No
PCT/FR 97/00930	

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
GB 2132366 A	04-07-84	DE 3248185 A DE 3331419 A DE 3331420 A CA 1220047 A US 4614109 A	05-07-84 14-03-85 14-03-85 07-04-87 30-09-86
DE 3312729 A	11-10-84	NONE	
EP 592066 A	13-04-94	JP 6043089 A US 5353630 A	18-02-94 11-10-94
EP 517501 A	09-12-92	AT 141411 T AU 643174 B AU 1801392 A CA 2070358 A DE 69212714 D DE 69212714 T ES 2090518 T JP 5157682 A KR 9606581 B US 5185082 A	15-08-96 04-11-93 10-12-92 07-12-92 19-09-96 23-01-97 16-10-96 25-06-93 20-05-96 09-02-93
EP 64159 A	10-11-82	DE 3117399 A JP 57186151 A US 4449392 A	02-12-82 16-11-82 22-05-84
EP 139202 A	02-05-85	JP 1874038 C JP 60197287 A JP 1642519 C JP 2051135 B JP 60058530 A US 4872974 A US 5064529 A	26-09-94 05-10-85 28-02-92 06-11-90 04-04-85 10-10-89 12-11-91
DE 4421639 A	04-01-96	NONE	
DE 3917856 A	07-12-89	NONE	

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande Internationale N°
PCT/FR 97/00930

A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE
CIB 6 B01D65/10 G01N15/08

Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB

B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE

Documentation minimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement)
CIB 6 B01D G01N

Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents relèvent des domaines sur lesquels a porte la recherche

Base de données électronique consultée au cours de la recherche internationale (nom de la base de données, et si cela est réalisable, termes de recherche utilisés)

C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie *	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
Y	GB 2 132 366 A (BRUNSWICK CORPORATION) 4 Juillet 1984 voir revendications; figures 1,3 ---	1-16
Y	DE 33 12 729 A (FRAUNHOFER-GESELLSCHAFT ZUR FÖRDERUNG DER ANGEWANDTEN FORSCHUNG E.V.) 11 Octobre 1984 voir revendications 1,3 ---	1-16
A	EP 0 592 066 A (MEMTEC JAPAN LIMITED) 13 Avril 1994 voir revendications & US 5 353 630 A cité dans la demande ---	1,10
A	EP 0 517 501 A (ASAHI KASEI KOGYO KABUSHIKI KAISHA) 9 Décembre 1992 ---	10
		-/-

Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents

Les documents de familles de brevets sont indiqués en annexe

* Catégories spéciales de documents cités:

- "A" document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent
- "E" document antérieur, mais publié à la date de dépôt international ou après cette date
- "L" document pouvant poser un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (elle qui indiquée)
- "O" document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens
- "P" document publié avant la date de dépôt international, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée

"T" document ultérieur publié après la date de dépôt international ou la date de priorité et n'appartenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention

"X" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément

"Y" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier

"&" document qui fait partie de la même famille de brevets

• 1

Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée

Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale

27 Août 1997

15.09.97

Nom et adresse postale de l'administration chargée de la recherche internationale
Office Européen des Brevets, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel: (+ 31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+ 31-70) 340-3016

Fonctionnaire autorisé

Cordero Alvarez, M

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande Internationale N°
PCT/FR 97/00930

C.(suite) DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie *	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
A	EP 0 064 159 A (B.HUSCHKE) 10 Novembre 1982 voir revendications; figures ---	1
A	EP 0 139 202 A (FUJISAWA PHARMACEUTICAL CO) 2 Mai 1985 voir revendications; figures ---	1,10
A	DE 44 21 639 A (MICRODYN MODULBAU GMBH) 4 Janvier 1996 voir revendications; figure ----	1-9
A	DE 39 17 856 A (SARTORIUS GMBH) 7 Décembre 1989 voir revendications -----	1,10

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Renseignements relatifs aux membres de familles de brevets

Dem. Internationale No

PCT/FR 97/00930

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
GB 2132366 A	04-07-84	DE 3248185 A DE 3331419 A DE 3331420 A CA 1220047 A US 4614109 A	05-07-84 14-03-85 14-03-85 07-04-87 30-09-86
DE 3312729 A	11-10-84	AUCUN	
EP 592066 A	13-04-94	JP 6043089 A US 5353630 A	18-02-94 11-10-94
EP 517501 A	09-12-92	AT 141411 T AU 643174 B AU 1801392 A CA 2070358 A DE 69212714 D DE 69212714 T ES 2090518 T JP 5157682 A KR 9606581 B US 5185082 A	15-08-96 04-11-93 10-12-92 07-12-92 19-09-96 23-01-97 16-10-96 25-06-93 20-05-96 09-02-93
EP 64159 A	10-11-82	DE 3117399 A JP 57186151 A US 4449392 A	02-12-82 16-11-82 22-05-84
EP 139202 A	02-05-85	JP 1874038 C JP 60197287 A JP 1642519 C JP 2051135 B JP 60058530 A US 4872974 A US 5064529 A	26-09-94 05-10-85 28-02-92 06-11-90 04-04-85 10-10-89 12-11-91
DE 4421639 A	04-01-96	AUCUN	
DE 3917856 A	07-12-89	AUCUN	